

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2001年4月12日 (12.04.2001)

PCT

(10) 国際公開番号  
WO 01/25363 A1

- (51) 国際特許分類<sup>7</sup>: C09J 201/00, 7/02      Hiroyuki) [JP/JP]; 〒229-1105 神奈川県相模原市小山  
3丁目37番19号 帝人株式会社 相模原研究センター内  
(21) 国際出願番号: PCT/JP00/06713      Kanagawa (JP).
- (22) 国際出願日: 2000年9月28日 (28.09.2000)      (74) 代理人: 弁理士 大島正孝(OHSHIMA, Masataka); 〒  
160-0004 東京都新宿区四谷四丁目3番地 福屋ビル 大  
(25) 国際出願の言語: 日本語      島特許事務所 Tokyo (JP).
- (26) 国際公開の言語: 日本語      (81) 指定国 (国内): KR, US.
- (30) 優先権データ:      (84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE,  
特願平11/281440 1999年10月1日 (01.10.1999) JP      DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 帝人株      添付公開書類:  
式会社 (TEIJIN LIMITED) [JP/JP]; 〒541-0054 大阪府      — 国際調査報告書  
大阪市中央区南本町1丁目6番7号 Osaka (JP).
- (72) 発明者; および      2文字コード及び他の略語については、定期発行される  
(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 角 洋幸 (SUMI,      各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語  
のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: SURFACE PROTECTING FILM AND LAMINATE COMPRISING THE SAME

(54) 発明の名称: 表面保護フィルムおよびそれからなる積層体

(57) Abstract: A surface protecting film which is advantageously used in the production of parts associated with a liquid crystal display such as a polarizing plate since it is free from the presence of air bubbles between the film and a substrate to be protected even when the substrate has irregularities in its surface, can bring about an improvement in the productivity and yield of the production of an article protected since it has an adhesive strength being satisfactorily low and constant for a long period of time, and can provide the convenience and accuracy to the inspection of an article protected since it uses highly transparent polyester film containing little foreign matter as a base material. Such a film which further has an antistatic agent and a releasing agent on its surface opposite to an adhesive layer is easy to suppress static charge and to remove dust on the surface.

(57) 要約:

偏光板等の液晶ディスプレイ関連部品製造時に使用することで、表面に凹凸のある相手基材に対しても気泡の混入がなく、その粘着力の低さおよび経時変化の小さいことから生産性、歩留り向上等となり、また、異物の少ないポリエステルフィルムを基材とすることで透明性がよく検査性も向上できる表面保護フィルム。粘着層の反対面に帯電防止処理や離形処理を持たせることで、剥離時の帯電の抑制や表面のゴミ等の除去も容易になる。

WO 01/25363 A1

## 明 細 書

## 表面保護フィルムおよびそれからなる積層体

## 5 技術分野

本発明は表面保護フィルムに関し、詳しくは、相手基材に貼り合せた後軽く剥がれ、しかも経時させた後でも剥離力が高くなることなく、かつ表面粗さの粗い相手基材に貼り合せた際に気泡等の混入による浮きが生じない粘着剤層を有し、さらには、高透明で、貼り合せた相手基材の検査性を損わない表面保護フィルム

10 に関する。

## 従来の技術

表面保護フィルムは、一般的にプラスチックフィルムをベースフィルムとし、そのベースフィルムの片面に粘着剤層を設けた構成である。近年、光学用部品の表面保護用として、その用途はますます伸びている。例えば、テレビ、コンピュータ、ワードプロセッサやカーナビゲーション等の各種ディスプレイの製造時の

15 表面保護に使用されており、中でも現在急激に伸びている液晶ディスプレイ表示板（LCD）等の表面保護、さらにその製造工程中の偏光板、位相差板や視野角拡大フィルム等の光学部品や光学積層体の表面保護に使用されている。一般的に、その表面保護フィルムのベースフィルムとしては、ポリエチレンやポリプロピレン等の透明なオレフィン系フィルムが使用されており、液晶ディスプレイ等の製造組み立てが完了した後や実際の使用に際して、これらの表面保護フィルムは剥離して除去される。

20

近年、TFT方式による液晶ディスプレイがその高精細さ、高応答性等の点により特に注目されており、その製造中における表面保護フィルムへの要求も厳しくなっている。例えば、偏光板や液晶ディスプレイ等の製造時、表面保護フィルムを貼り合せたまま製品の欠陥検査を行うことが多く、従来のように、そのベースフィルムがポリエチレンフィルム等のようなオレフィン系フィルムの場合では透明性が劣ったり、またフィッシュアイ等のゲル物が多いため、その欠陥検査に

25

において異物欠点となり、製品自体の検査を高精度に行うことが困難となってきた。  
また、表面保護フィルムは、偏光板や液晶ディスプレイ等に一度貼られると次の  
製造工程まで長時間貼られたままであることが多い。そして検査等の終了後、剥  
がした時に剥離力が高くなると作業性が悪くなったり、また、そのフィルムの粘  
5 着剤の一部が残り、ディスプレイの表示検査等で異物やひずみ等の欠陥が生じたりする問題があった。

また、偏光板等の液晶ディスプレイ部品の中には、表示部のぎらつき感を抑えるため、表面に微小な凹凸を設けることで、光の反射を抑制したものがある。一方、表面保護フィルムの粘着剤層は、粘着力を低くして再剥離性をもたせるため、  
10 例えば、粘着剤の凝集力を高めたり、ガラス転移温度（ $T_g$ ）の高い成分あるいはハードセグメントを多く含むこと等により、粘着剤層を硬くする方法をとることが一般に行われている。従って、このような粘着剤層を有する表面保護フィルムを表面に凹凸を設けた偏光板等の相手基材に貼り合せると、その凹凸面に表面保護フィルムの粘着剤が十分にぬれ広がらないため、凹凸面と粘着剤層が接触しない部分が多くなり、その部分で空気等が抜け切らず、気泡となっており、欠点  
15 検査時に障害をきたす問題がある。

ところで、使用前の表面保護フィルムの粘着剤層面には、一般的に粘着剤層を形成するための製造工程に剥離フィルムが使用されており、そのまま巻き取られ、製品となる。しかし、表面保護フィルムの使用時は、この剥離フィルムは剥がされ捨てられるだけであり、廃棄物の発生やコストの面で剥離フィルムを無くすことも必要となっている。  
20

#### 発明の開示

本発明の目的は、かかる従来技術の問題を解消し、相手基材に貼り合せた後軽く剥がれ、しかも経時させた後でも剥離力が高くなることなく、かつ、表面粗さ  
25 の粗い相手基材に貼り合せた際に気泡等の混入による浮きが生じない粘着剤層を有し、さらには、高透明で、貼り合せた相手基材の検査性を損わない表面保護フィルムを提供することにある。

本発明の他の目的は、糊残りが生じない粘着剤層を有し、さらには平滑な粘着

表面を有する表面保護フィルムを提供することにある。

- 本発明のさらに他の目的は、表面保護フィルムの粘着剤層に剥離フィルムを貼合せることなくロール状に巻くことができ、また、ロールから巻き出した表面保護フィルムの粘着剤層面を相手基材に貼り合せても必要に応じて軽く剥がすこと
- 5    ことができ、しかも経時させた後でも剥離力が重くなることなく、さらには、高透明で、貼り合せた相手基材の検査性を損わない表面保護フィルムを巻き取ったフィルムロールを提供することにある。

本発明のさらに他の目的および利点は以下の説明から明らかになる。

- 本発明によれば、本発明の上記目的および利点は、第1に、ポリエステルフィルム(A)およびポリエステルフィルム(A)の片面上の粘着剤層(B)からなり
- 10    りそして臨界はね返り係数が0.5以下である、基材の表面を保護するための表面保護フィルムによって達成される。

そして、かかる表面保護フィルムは、以下の特性および構成を有することが好ましい。

- 15    ア. 粘着剤層(B)が下記(1)～(4)の特性を全て満足する。
- (1) ステンレス板に対する常態粘着力が30～500mN/25mm(3～50g/25mm)。
- (2) 貼合せ後、60℃で1週間維持した後の常態粘着力の変化率が0.5倍～2.0倍。
- 20    (3) ボールタック測定でのボールのサイズが2/32インチ～10/32インチ。
- (4) 粘着剤層(B)の厚みが、5μm～50μm。

本発明の上記目的および利点は、本発明によれば、第2に、

- 粘着剤層(B)と保護層(C)とを直接接触させた状態で、本発明の表面保護
- 25    フィルムが巻き取られたロールの形態にある、フィルムロールによって達成される。

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明の表面保護フィルムは、少なくとも、ポリエステルフィルム(A)と粘

着剤層（B）からなる。さらには、その粘着層と反対の面に、帯電防止剤および離形剤の少なくとも1つの剤を含む保護層（C）を設けることができる。また、粘着剤層（B）の上に剥離層（E）を設けることもできる。

#### ポリエステルフィルム

- 5 本発明においては、表面保護フィルムのベースフィルム（A層）として、高い透明性、生産性、加工性に優れるポリエステルフィルムが用いられる。ポリエステルフィルムとしては、特に制限はないが、ポリエチレンテレフタレートフィルム、あるいはポリエチレン-2, 6-ナフタレンジカルボキシレートフィルムが好ましい。また、その構成においては、共押出しによる任意の層数の多層構造を
- 10 とってもよい。かかるポリエステルフィルムを構成するポリエステルは、芳香族二塩基酸成分とジオール成分とからなる結晶性の線状飽和ポリエステルであることが好ましく、例えばポリエチレンテレフタレート、ポリプロピレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリエチレン-2, 6-ナフタレンジカルボキシレート等を挙げることができる。また、これらの一部が他成分に置換され
- 15 た共重合体や、ポリアルキレングリコールあるいは他の樹脂との混合物であってもよい。

本発明において用いられるポリエステルフィルムは、未延伸、一軸配向および二軸配向のいずれでもよい。好ましくは、生産性や取扱い性の観点から二軸配向ポリエステルフィルムである。

- 20 二軸配向ポリエステルフィルムは、逐次二軸延伸法、同時二軸延伸法等の従来から知られている方法で製造することができる。例えば、逐次二軸延伸法は以下の方法で行うことができる。上記ポリエステルポリマーを十分に乾燥してから、熔融押出し法にて、ダイ（例えばT-ダイ、I-ダイ等）から冷却ドラム上に押し出し、急冷して未延伸フィルムまたは共押出し未延伸フィルムを製造し、続いて
- 25 該未延伸フィルムを60～140℃の温度で縦方向に延伸し、次いで80～150℃の温度で横方向に延伸を行い、さらに160～260℃の温度で1～100秒間で熱固定することにより製造することができる。なお、熱固定処理は制限収縮下に行ってもよい。また、熔融押出しの際、静電密着法を使用することが好ま

しい。

ところで、二軸配向のポリエステルフィルム（A）は、破断を特定方向に起こさせないために、等方性であることが好ましく、横方向の屈折率（ $N_{TD}$ ）と縦方向の屈折率（ $N_{MD}$ ）との差（ $N_{TD}-N_{MD}$ ）が $-0.08$ を超え $0.08$ 未満であるのが好ましい。ここで、縦方向とはフィルムの製膜方向に沿った方向を、横方向とは縦方向とフィルムの厚み方向に垂直な方向を意味し、横方向については以下に幅方向と称することもある。

横方向の屈折率（ $N_{TD}$ ）と縦方向の屈折率（ $N_{MD}$ ）の差（ $N_{TD}-N_{MD}$ ）が $-0.08$ 以下または $0.08$ 以上になると、粘着剤層を介して偏光板等に貼り合せて粘着剤層を保護している際に、二軸配向フィルムの横方向または長手方向に過度に応力が掛かると、二軸配向フィルムが変形して、その部分に空気等が侵入してしまったり、保護している粘着剤層から剥離する際の作業性が悪化する場合がある。特に好ましい $N_{TD}-N_{MD}$ は $-0.05$ を超え $0.05$ 未満である。このような二軸配向ポリエステルフィルムは、前述の縦方向および横方向の延伸倍率をできるだけ同じにすればよく、前述の縦方向および横方向の延伸倍率を $2\sim 5$ 倍、特に $2.5\sim 4.5$ 倍の範囲とするのが好ましい。

一軸配向ポリエステルフィルムは、上記方法において、縦方向のみあるいは横方向のみに延伸する方法によって製造することができる。

フィルムの厚みは特に制限はないが、 $5\sim 500\mu m$ が好ましい。さらに好ましくは、貼り合せ等の加工性、生産性の向上を図るために、 $10\sim 200\mu m$ が好ましい。

かかるポリエステルフィルムには、フィルムの巻取り時の滑り性、また、粘着剤塗工等の加工時のハンドリングを良好なものとするため、滑剤、例えば炭酸カルシウム、アルミナ、カオリン、シリカ、酸化チタン、硫酸バリウム、ゼオライト等のような無機微粒子や、シリコーン樹脂、架橋ポリスチレン、アクリル樹脂等の有機微粒子を含有させることができる。特に好ましいのは真球状シリカまたは多孔質シリカといったシリカ粒子である。また他の添加剤、例えば安定剤、紫外線吸収剤、難燃剤、帯電防止剤等を含有させることもできる。微粒子や添加剤

等の添加時期は、ポリエステルフィルムを製膜する迄の段階であれば特に制限はなく、例えば重合段階で添加してもよく、また製膜の際に添加してもよい。

- 本発明におけるポリエステルフィルム（A）は、中心線平均平面粗さ（ $R_a$ ）が2 nm以上500 nm以下であることが好ましい。 $R_a$ が2 nm未満であると、
- 5 加工の際、フィルムが滑り難い等の搬送性に支障を来すおそれがあり、また、500 nmより大きいと、透明性が悪くなることで検査性が低下したり、また、転写法で粘着剤層（B）を設ける際、ポリエステルフィルム（A）の凹凸のため粘着剤層（B）が均一に密着しないことが懸念される。

- さらに、該ポリエステルフィルム（A）においては、一辺の長さ210 mmと
- 10 それに直交する辺の長さ148 mmの広さ（面積310.8 cm<sup>2</sup>）中に25  $\mu$ m以上の異物が存在せず、かつ5  $\mu$ m以上25  $\mu$ m未満の異物が10個以下であることが好ましい。25  $\mu$ m以上の異物が存在すると、粘着剤の塗布時や転写時に、ボイド等が発生し、その大きさ以上にその部分だけ粘着剤が抜けたり、または盛り上がったため、目視でも確認できるくらいの局所的な外観欠点とな
- 15 ることがある。また、5  $\mu$ m以上25  $\mu$ m未満の異物が10個より多いと、その大きさは目視では確認し難いが、欠点が目立つ恐れがある。

ところで、本発明におけるポリエステルフィルム（A）は、検査性の観点から、横方向の屈折率（ $N_{TD}$ ）と縦方向の屈折率（ $N_{MD}$ ）との差（ $N_{TD}-N_{MD}$ ）が0.08以上であるのが好ましい。

- 20 横方向の屈折率（ $N_{TD}$ ）と縦方向の屈折率（ $N_{MD}$ ）の差（ $N_{TD}-N_{MD}$ ）が0.08以上になると、本発明に用いるポリエステルフィルム（A）の厚み30～40  $\mu$ mにおいてレターデーションが十分に大きくなり干渉色の濃度が極端に低下するため目視検査の障害を軽減できる。 $N_{TD}-N_{MD}$ が0.08未満では、レターデーションが小さく干渉色によって目視検査の障害となる。なお、 $N_{TD}-N_{MD}$
- 25 は複屈折率（ $\Delta n$ ）と以下称することがあり、これら $\Delta n$ は前述の理由により、できるだけ大きいことが好ましく、0.09以上、さらには0.10以上であることが特に好ましい。

上記の $N_{TD}-N_{MD}$ が0.08以上のポリエステルフィルム（A）は、製膜する

- 際の延伸条件において、縦方向の延伸倍率の上限を2.0倍未満好ましくは1.8倍未満、さらに好ましくは1.6倍未満、縦方向の延伸倍率の下限を1.1倍以上好ましくは1.2倍以上、さらに好ましくは1.3倍以上、横方向の延伸倍率の下限を4.0倍以上、好ましくは4.2倍以上、さらに好ましくは4.4倍以上、および、横方向の延伸倍率の上限を6.0倍以下好ましくは5.5倍以下、さらに好ましくは5.0倍以下とすることで製造できる。縦方向の延伸倍率が2.0倍以上または横方向の延伸倍率が4.0倍未満だと、 $N_{TD}-N_{MD}$ または傾き角が、上記範囲を満足し難い。また、 $N_{TD}-N_{MD}$ が0.08以上のポリエステルフィルム(A)の縦方向の配向度( $N_{MD}$ )は、1.550以上であることが好ましい。該 $N_{MD}$ が1.550未満では、粘着剤層を介して偏光板等に貼り合せて粘着剤層を保護している際に二軸配向フィルムの長手方向に伸長しやすく、その変形した部分に空気等が侵入してしまったり、保護している粘着剤層から剥離する際に二軸配向フィルムが過度に変形して剥離工程での作業性が悪化する場合がある。これらの理由から特に好ましい二軸配向フィルムの縦方向の配向度( $N_{MD}$ )は、
- 15 1.580以上である。

#### 粘着剤層(B)

- ポリエステルフィルム(A)の片面に粘着剤層を積層する。この粘着剤は、屋内だけでなく屋外での放置を考慮し、また検査時の様々な光線に耐えるため、特に紫外線に耐えることが必要なため、さらには、粘着剤層から貼り合せた相手基
- 20 材への成分移行を防ぐため、アクリル系粘着剤が好ましい。

- 偏光板等の液晶ディスプレイ部品の中には、表示部のぎらつき感を抑えるため、表面に微小な凹凸を設けたものもあり、その凹凸面に表面保護フィルムの粘着剤層が十分にぬれ広がり、空気等が気泡として残らないようにするために、粘着剤層をある程度軟らかくすることが好ましい。その軟らかさの指標として、臨界は
- 25 ね返し係数を用いる。本発明の表面保護フィルムは、臨界はね返し係数が0.5以下の粘着剤層を有する。臨界はね返し係数が0.5より大きいと粘着剤層が硬過ぎることを意味し、表面保護フィルムを微小な凹凸を有する液晶ディスプレイ部品に貼り合せると、その凹凸の間に空気が閉じ込められ気泡が生じやすくなり、

検査性に支障をきたす。なお、臨界はね返り係数は、表面保護フィルムの粘着剤層をガラス板に貼り合せ、粘着剤層の反対面から鉄球を自由落下させた時ののはね返り係数を測定する。異なった直径の鉄球を用い、それぞれのはね返り係数を測定し、それを鉄球の直径の3乗に対しプロットし、直径を0に外挿した時ののはね返り係数と定義する。

かかる表面保護フィルムの粘着剤層の厚みは、 $3\mu\text{m}$ 以上 $50\mu\text{m}$ 以下、特に $5\mu\text{m}$ 以上 $50\mu\text{m}$ 以下が好ましい。厚みが $3\mu\text{m}$ 未満であると、凹凸のある偏光板等に貼り合せた時、表面保護フィルムのベースフィルムであるポリエステルフィルムの硬さに支配され、粘着剤が偏光板表面に十分ぬれ広がらず、また必要な粘着力が得られず、貼り合せた時に、部分的に浮きが生じ易い。また、厚みが $5\mu\text{m}$ 未満であると、凹凸のある偏光板等に貼り合せた時、表面保護フィルムのベースフィルムであるポリエステルフィルムの硬さに支配され、粘着剤が偏光板表面に十分ぬれ広がらず、また必要な粘着力が得られず、貼り合せた時に、部分的に浮きが生じることが場合によってはあるので、厚みは特に $5\mu\text{m}$ 以上が好ましい。厚みが $50\mu\text{m}$ より大きいと、粘着力が必要以上に高くなったり、また粘着剤を塗設する時、厚みのコントロールや硬化の制御、さらにはコストの面でも問題となる。

本発明における表面保護フィルムは、相手基材、例えば、偏光板やステンレス板等に貼り付けた後、容易に剥がれることが必要なため、粘着剤層のステンレス板に対する常態粘着力は、 $30\text{mN}/25\text{mm}$ 以上 $500\text{mN}/25\text{mm}$ 以下であることが好ましい。なお、本発明において、粘着力 $1\text{mN}/25\text{mm}$ は $0.1\text{g}/25\text{mm}$ として換算しており、 $30\text{mN}/25\text{mm}$ は $3\text{g}/25\text{mm}$ 、 $500\text{mN}$ は $5\text{g}/25\text{mm}$ とする。常態粘着力が $30\text{mN}/25\text{mm}$ 未満であると、端捲れが発生したり、また、なんらかの接触で容易に剥がれることがあるので好ましくない。また、 $500\text{mN}/25\text{mm}$ を超えると、例えば偏光板等から表面保護フィルムを剥離する工程で、容易に剥がれないため偏光板に不用意な力がかかり、変形するおそれがあるため好ましくない。

また、かかる粘着剤層は、ステンレス板に貼り合わせ、 $60^\circ\text{C}$ 、1週間維持し

た後の常態粘着力の、60℃で1週間維持する前の常態粘着力に対する変化率が0.5倍以上2.0倍以下が好ましい。変化率が0.5倍未満あるいは2.0倍より大きいと、自動で表面保護層の剥離を行う際、設定や管理が煩雑となり、特に変化率が大きいと剥離が困難となる。なお、本発明における常態粘着力は、ステンレス板に対するもので表すが、これは偏光板等に対する粘着力はその表面に左右されやすく評価が困難であるのに対し、評価が容易であるためであり、ステンレス板に対する常態粘着力およびその変化率を上記範囲とすることにより偏光板等に対する適度な微粘着性を有し、しかも剥離力が変化しない表面保護フィルムを得ることができる。

- 10      また、本発明における粘着剤層は、そのタック性において、ボールタック測定でそのボールのサイズは2/32インチ以上10/32インチ以下であることが好ましい。1/32インチ以下であると、タック性がほとんどないために、相手基材に貼り合せた時に端捲れや浮きが発生することがある。11/32インチ以上であると、タック性が高くなり、粘着力が高くなったり、また、粘着剤自体が
- 15      軟らかくなりすぎたりし、粘着剤の凝集力も低下し、剥がした後に糊残りが発生したりすることがある。表面保護フィルムを相手基材に貼り付けた後、次の製造組み立て工程や最終工程で剥がす必要があるが、その際粘着剤が剥がれずに残っていると、液晶ディスプレイ等の外観上の欠点となってしまう。

- 20      また、本発明における粘着剤層は、荷重1kg、温度80℃の条件で保持力を測定したときのズレが1時間後で0～1mmであることが好ましい。表面保護フィルムを相手基材に貼り付けた後、経時によって表面保護フィルムがずれないためにも、保持力測定において荷重1kg、温度80℃の条件で、1時間後のズレが1mm以下であることが好ましい。ズレが1mmより大きいと、表面保護フィルムは相手基材に貼り付けられた後経時により容易にずれてしまい、作業上、検査上好ましくない。
- 25      また、本発明における粘着剤層は、80℃×1週間ステンレス板に貼り合せた後のステンレス面において、付着する1mm角サイズ以上の粘着剤残留物が100cm<sup>2</sup>当たり0個であることが好ましい。表面保護フィルムを相手基材に貼り付

けた後、次の製造組み立て工程や最終工程で剥がす必要があるが、その際粘着剤が剥がれずに残っていると、液晶ディスプレイ等の外観上の欠点となってしまったため、ステンレス板に表面保護フィルムを貼り合せ、80℃で1週間維持した後、剥離したときのステンレス板上に付着する1mm角サイズ以上の粘着剤残留物が

5 100cm<sup>2</sup>当り0個であることが好ましい。粘着剤残留物が1個以上あるとその部分が欠点となり、検査不良となったり、液晶ディスプレイの製品でも外観欠点となる場合がある。

また、被保護面（偏光板、ステンレス板など）と容易に接着でき、かつ容易に剥離できる特性を高める上で、本発明における粘着剤層は、以下の特性を具備する

10 ることが好ましい。

- ・ガラス転移温度が-60℃以上-20℃以下であること；
- ・引張り弾性率が0.1MPa以上0.2MPa以下であること；
- ・表面張力が15μN/cm以上25μN/cm以下であること；

粘着剤層のガラス転移温度（T<sub>g</sub>）が-60℃未満であったり、また粘着剤層

15 の引張り弾性率が0.1MPa未満であると、室温等の通常の使用環境時でも極めて軟らかく、貼り合わせた被保護面へ必要以上にぬれ広がり、過度に粘着力を高めた剥離性の乏しいものとなりやすい。他方、粘着剤層のガラス転移温度が-20℃を超えたり、また粘着剤層の引張り弾性率が0.2MPaを超えると、室温等の環境下で軟らかさに欠け、貼り合わせた被保護面へ十分にぬれ広がり難い。

20 粘着層の表面張力が15μN/cm未満であると、貼り合わせる被保護面との所望の粘着力が得られず、他方、25μN/cmを超えると、被保護面との間に必要以上の粘着力が発生し剥離性に欠けたものとなりやすい。

また、粘着層の中心線平均表面粗さ（R<sub>a</sub>）は2nm以上500nm以下が好ましい。R<sub>a</sub>が500nmより大きいと、偏光版等に貼り合せた際に、粘着剤層

25 が軟らかくとも完全に密着せず、歪みが生じたり、また凹みの部分で気泡等が生じたりし問題となる。なお、粘着剤層の中心線平均表面粗さは、非接触式3次元表面粗さ計を用いて積層フィルム表面をスキャンし、フィルム表面の変位を測定し、表面解析ソフトにより中心面平均粗さ（R<sub>a</sub>）を求める。

- 使用するアクリル系粘着剤は特に限定されないが、上記特性を満足させるために、例えば以下に説明する粘着剤が好ましい。アクリル系粘着剤では、溶剤系、エマルジョン系等があるが、上記粘着物性を容易に得るには、溶剤系粘着剤が特に好ましい。アクリル溶剤系粘着剤としては、各種特性を満たすために、溶液重
- 5 合で得られたものを使用する。原料としては、アクリル粘着剤の溶液重合用の公知のものを使用できる。アクリル粘着剤としては、アクリル酸エステル好ましくはアクリル酸 $C_2\sim 8$ アルキルエステル、さらに好ましくはアクリル酸 $C_6\sim 8$ アルキルエステル、ヒドロキシ基、エポキシ基またはカルボキシ基を官能基とするビニルモノマーおよびこれらと異なるその他の共重合性ビニルモノマーからなる
- 10 共重合体が好ましく用いられる。これらの例としては、エチルアクリレート、ブチルアクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、オクチルアクリレート等のアクリル酸エステル、凝集力を向上させるためのコモノマーとしては、酢酸ビニル、アクリルニトリル、スチレン、メチルメタクリレート等、さらに高架橋を促進し、安定した低い粘着力を付与させたために官能基含有モノマーとして、メ
- 15 タクリル酸、アクリル酸、イタコン酸、ヒドロキシエチルメタクリレート、グリシジルメタクリレート等が挙げられる。低い粘着性やタック性、および高い凝集力を持たせるために、イソシアネート系硬化剤で高架橋化を図るために、特に水酸基を多く含むものが好ましい。また、凹凸のある相手基材に貼り合せた時に気泡等が発生しないために粘着剤層をある程度軟らかくするためには、上記成分の
- 20 中でも、ガラス転移温度 ( $T_g$ ) が低い、骨格としての主モノマー成分を多く用い、また、一方では、 $T_g$ の高い、凝集力を向上させるためのコモノマー成分を少なく用いることで可能となる。

- 粘着剤の合成は、公知の方法で行うことができる。例えば、酢酸エチルやトルエン等の有機溶剤の存在下で、反応室内に必要な原料を投入し、ベンゾイルパー
- 25 オキシド等のパーオキシド系やアゾビスイソブチロニトリル等のアゾビス系を触媒として、加熱下で重合できる。分子量を上げるためには、例えば、初期にモノマーを一括投入する方法や、また、使用する有機溶剤種として、トルエンは連鎖移動係数が大きいためポリマー成長を抑制するので酢酸エチルを使用する方

法がよい。重量平均分子量（Mw）は30万以上が好ましく、40万以上がさらに好ましい。分子量が30万未満では、イソシアネート硬化剤で架橋されても、凝集力が十分なものが得られず、荷重をかけての保持力評価でもすぐに落下したり、またステンレス板や偏光版等に貼り合せた後経時後に剥がした時、粘着剤が

5 ステンレス板や偏光版等に残ることがある。分子量の向上には、重合段階での制御が重要であるが、一般に溶剤系では十分な粘着力は得られても分子量は高くないため、使用時の硬化剤の添加量により分子量の向上ないしは架橋率の向上をはかる必要がある。

粘着剤の硬化剤としては、特にアクリル溶剤系では一般的なイソシアネート系、

10 エポキシ系、アリジリン系硬化剤等が使用できる。例えば、イソシアネート系硬化剤では、経時も安定した粘着力を得るために、またより硬い粘着層とするために、トリレンジイソシアネート（TDI）等の芳香族系のタイプが好ましい。この粘着剤には、添加剤として、例えば安定剤、紫外線吸収剤、難燃剤、帯電防止剤等を含有させることもできる。再剥離性を持たせるため、また、粘着力を低

15 く安定に維持するために、それらの成分が相手基材に移行しない程度に、ワックス等の有機樹脂、シリコン、フッ素等の低表面エネルギーを有する成分を添加してもよい。例えば、ワックス等の有機樹脂では、高級脂肪酸エステルや低分子のフタル酸エステルを用いてもよい。

粘着剤溶液のポリエステルフィルム（A）への塗布は、任意の段階で行うこと

20 ができる。また、その塗液をポリエステルフィルム（A）に塗布する際には、必要に応じて、密着性、塗工性を向上させるための予備処理として、ポリエステルフィルム表面に火炎処理、コロナ放電処理、プラズマ放電処理などの物理的表面処理を施すか、あるいは、製膜中または製膜後において、有機樹脂系や無機樹脂系の塗料を塗布する化学的表面処理を施すことにより、粘着剤とポリエステルフ

25 イルム（A）の密着性を強固にすることができる。

粘着剤の塗工方法としては、任意の公知の方法が使用でき、例えばダイコーター法、グラビアロールコーター法、ブレードコーター法、スプレーコーター法、エアナイフコート法、デップコート法等が好ましく挙げられ、単独または組合

せて用いることができる。

ポリエステルフィルム（A）への粘着剤の塗布は、先の塗工方式にて、直接フィルムに塗布してもよく、また、一度剥離フィルムに塗工して乾燥させた後、ポリエステルフィルム（A）を貼り合せて粘着剤を転写させてもよい。より平滑な粘着層面を有する表面保護フィルムを作成するためには、平滑な表面を有する剥離フィルムに一度塗工し、これをポリエステルフィルム（A）に転写させる方が好ましい。この時の乾燥温度は、残留溶剤ができるだけ少なくなることが好ましく、そのためには乾燥温度や時間は特定されないが、好ましくは50～150℃の温度で、10秒～5分の乾燥時間を設けることがよい。

- 10 粘着剤は流動性があるため、また、架橋剤としてイソシアネート系硬化剤等を使用する場合、加熱乾燥直後はまだ反応が完結しておらず、その反応を完了させ、安定した粘着力を得るためにも養生が必要である。一般的には、室温で約1週間以上、加熱した場合、例えば50℃位であると3日以上が好ましい。加熱の場合、温度を上げすぎるとベースフィルムの平面性が悪化するおそれがあるため、あまり上げすぎない方がよい。

帯電防止剤および離形剤から選ばれた少なくとも1つの剤を含む保護層（C）

- 本発明の表面保護フィルムには、ポリエステルフィルムの粘着剤層の反対側に、表面保護層の剥離時に、偏光板に設けたTF Tが剥離帯電による破壊を防ぐため、また、表面保護フィルムの片面に裁断した時のゴミや粘着剤が付着した場合、付着を防いだり、あるいは容易に除去するために、帯電防止剤および／または離形剤を含んだ層を設けることが好ましい。この帯電防止剤や離形剤は、混合して1層で設けてもよく、また、各々1層としてもよい。また、帯電防止層は、粘着剤層と混合してもよく、また粘着剤層とポリエステルフィルムとの間に設けてもよい。

- 25 帯電防止剤や離形剤は、層の強度の向上や、二軸配向ポリエステルフィルムへの密着性、耐水性、耐溶剤性、ブロッキング性等の向上のために、バインダーとして、熱可塑性ポリエステル樹脂、アクリル樹脂等の熱可塑性樹脂、熱硬化性アクリル樹脂、ウレタン樹脂、メラミン樹脂、エポキシ樹脂等の熱硬化性樹脂等の

高分子化合物を含有させることが好ましい。さらに架橋剤としては、メチロール化あるいはアルキロール化したメラミン系、尿素系、アクリルアミド系等の化合物、エポキシ化合物、ポリイソシアネートから選ばれた少なくとも1種類を含有することが特に好ましい。

- 5 帯電防止剤としては、例えば、第4級アンモニウム塩、ピリジニウム塩、第1～3級アミノ基のごときカチオン性を有する各種カチオン性帯電防止剤；スルホン酸塩基、硝酸エステル塩基、リン酸エステル塩基のごときアニオン性を有するアニオン性帯電防止剤；アミノ酸系、アミノ硫酸エステル系のごとき両性帯電防止剤；アミノアルコール系、グリセリン系、ポリエチレングリコール系のごとき
- 10 ノニオン性帯電防止剤等の各種界面活性剤型帯電防止剤、さらには上記の高分子化したもの等が使用できる。また、ポリアニリン、ポリピロール、ポリチオフェン等の導電性ポリマーやスズ、アンチモン系フィラーを分散したものも使用できる。さらには、銀、スズ等の金属層を気相成長法や真空蒸着法、スパッター法またはプラズマCVD法等で設けてもよい。
- 15 離形剤としては、表面保護フィルム面の汚れ防止が目的であるため、適度な剥離力を有し、耐久性があることが好ましい。かかる離形剤としては、シリコーン系、フッ素系やアルキルポリマー系の離形剤等が挙げられる。工程内へのコンタミネーションを防ぐ意味で、移行性の特に低いアルキルポリマー系が好ましい。

- 帯電防止剤や離形剤をポリエステルフィルム（A）上に設ける場合、製膜時に
- 20 結晶配向が完了する前や、あるいは結晶配向が完了した製膜後に塗布することができる。ポリエステルフィルム（A）への塗布方法としては、公知の任意の方法が適用できる。例えば、ロールコート法、グラビアコート法、リバースコート法、スプレーコート法などを単独あるいは組合せて使用できる。

- 本発明の表面保護フィルムは、容易な検査性のため高い透明性を有することが
- 25 望ましい。具体的には、可視光線透過率が70%以上であり、またヘーズが10%以下であることが好ましい。可視光線透過率が70%未満であり、またヘーズが10%より大きいと、透明性が悪いために、例えば表面保護フィルムを偏光版と貼り合せた時の異物等の欠点検査において、異物を検知できないことが懸念され

る。

### 剥離フィルム

本発明においては、表面保護フィルムの粘着剤層を保護する目的で、剥離フィルム（D）を設けた積層体の構成をとることが好ましい。また剥離フィルムのベースフィルムとしては、前述の表面保護フィルムにおけるポリエステルフィルム（A）と同じ構成のものをを用いることが好ましい。

かかる剥離フィルムの少なくとも片面に、離形層を形成することが好ましい。離形層成分としては、例えばシリコーン樹脂、フッ素樹脂、脂肪族等ワックスあるいはオレフィン系樹脂等を挙げることができる。また、粘着剤層（B）の種類によっては離形層を設けなくてもよい。かかる離形層を形成する成分には、本発明の目的を妨げない範囲で公知の各種添加剤を配合することができる。この添加剤としては、例えば紫外線吸収剤、顔料、消泡剤、帯電防止剤等を挙げることができる。離形層の塗設は離形層を形成する成分を含む塗液をベースフィルムに塗布し、加熱乾燥させて塗膜を形成させることにより行うことができる。加熱条件としては80～160℃で10～120秒間、特に120～150℃で20～60秒間が好ましい。塗布方法は、任意の公知の方法が使用でき、例えばロールコーター法、ブレードコーター法等が好ましく挙げられる。

本発明においては、剥離フィルム用ベースフィルムである二軸配向ポリエステルフィルムと離形層の密着性を高めるために、ベースフィルムと離形層の間に接着層を設けることが好ましい。この接着層を形成する成分としては、例えば離形層がシリコーン樹脂層の場合、シランカップリング剤が好ましい。このシランカップリング剤としては一般式 $Y-Si-X_3$ で表されるものがさらに好ましい。ここで、Yは例えばアミノ基、エポキシ基、ビニル基、メタクリル基、メルカプト基等で代表される官能基、Xはアルコキシ基で代表される加水分解性の官能基を表す。かかる接着層の厚みは、0.01～5 μmの範囲が好ましく、0.02～2 μmの範囲が特に好ましい。接着層の厚みが上記の範囲であるとベースフィルムと離形層の密着性が良好となり、かつ接着層を設けたベースフィルムがブロッキングしにくいため、離形フィルムの取り扱いで問題が生じにくい利点がある。

### フィルムロール

本発明のフィルムロールは、ポリエステルフィルム（A）の片面に粘着剤層、その反対面に保護層を設けた表面保護フィルムを粘着剤層と保護層とを接触させて（貼合せて）巻き取った構成である。表面保護フィルムは、このフィルムロールから巻き出されて、相手基材（偏光板、ステンレス板など）に貼合せられて、相手基材表面を保護する用途に供される。そして、相手基材が加工工程、または本来の用途に供される際、貼合せられた表面保護フィルムは剥離される。

すなわち、表面保護フィルムの粘着剤層は、接着する相手面（保護層、偏光板、ステンレス板など）と容易に接着でき、かつ容易に剥離できる特性を有することが必要である。粘着剤層がかかる特性を示すためには、保護層（C）を粘着剤層（B）から剥がした時の剥離力が  $10 \text{ mN} / 25 \text{ mm}$  以上  $1,000 \text{ mN} / 25 \text{ mm}$  以下であることが好ましい。

保護層に対する剥離力が  $10 \text{ mN} / 25 \text{ mm}$  未満であるとロール時巻きずれが発生することがあり、また、剥離力が  $1,000 \text{ mN} / 25 \text{ mm}$  より大きい場合、ロールからの巻き出し時幅の広いフィルムでは多大なる張力が必要となり設備的に大掛かりとなったり、また剥離帯電も大きくなりこれによりフィルム表面のダメージも発生することがある。

### 実施例

以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。なお、実施例における各物性値は次のように測定した。

#### （１）臨界はね返り係数

表面保護フィルムとガラス板とを表面保護フィルムの粘着剤層とガラス板とが接するように貼り合せ、室温にて30分放置する。その後、ガラス板が下側で保護フィルムが上側となるように水平に置き、表面保護フィルムの上方、高さ20 cmの位置より鉄球（密度  $7.5 \text{ g} / \text{cm}^3$ ）を自由落下させ、鉄球がはね返ったときの高さH（cm）を測定する。そして、Hを20で除した値をはね返り係数とする。次に、異なった直径の鉄球（JIS Z-0237に規定するボール

タックに使用する鉄球)を用い同様に測定し、その鉄球の直径の3乗に対し各はね返り係数をプロットした後、直径を0に外挿した時のはね返り係数を求め、この値を臨界はね返り係数とする。

## (2) 常態粘着力

- 5 洗淨されたステンレス板の上に、表面保護フィルムを表面保護フィルムの粘着剤層とステンレス板とが接するように直接ゴムローラー(軽荷重)で貼りつけ、その上から2kgゴムローラーにて1往復し、密着させる。その後、温度23℃、湿度55±5%RHの条件下で1日放置してから、25mm幅の短冊状に切り取る。これを引張試験機(東洋精機(株)製ストログラフ)に取り付けステンレス
- 10 板を固定した状態で表面保護積層フィルムを、300mm/分の速度で180°にて引張り、その強度をもって常態粘着力とする。

## (3) 60℃、1週間後の粘着力および変化率

- 上記常態粘着力と同様に作成した25mm幅の短冊状サンプルを、60℃で1週間放置した後、室温に戻し、30分放置してから、引張試験機(東洋精機(株)
- 15 製ストログラフ)に取り付け、ステンレス板を固定した状態で表面保護フィルムを、300mm/分の速度で180°にて引張り、その強度をもって1週間後の粘着力とする。そして、この値を常態粘着力の値で除した値を変化率とする。

## (4) ボールタック

- JIS Z-0237に基づき、表面保護フィルムの粘着層をボールタック測定器に取り付け、傾斜角30°で測定し、粘着層上で止まった最大ボールサイズ
- 20 をタック値とする。

## (5) 保持力

- 表面保護フィルムを20mm幅×100mm長さに切り取り、洗淨されたステンレス板の上に、常態粘着力測定方法と同様に貼り付ける。この時、表面保護フ
- 25 ィルムとステンレス板の貼付け面積を20mm×20mmとする。これを自動検知保持力試験機(ユニ工業(株)製)にステンレス板の方を固定し取り付ける。この時、雰囲気温度を80℃にし、また表面保護フィルムの方に1kgのおもりをぶら下げ、1時間後のズレを読み取り、保持力とする。

## (6) 粘着剤残り評価

常態粘着力測定と同様に作成したサンプルを、貼付け後 80℃の温度下で、1週間放置する。その後、10m/分の速度で積層フィルムを引き剥がし、ステンレス板上の粘着剤の残り具合を観察し、下記の基準で評価する。

5 ○：粘着剤の残りが全くない

△：粘着剤の残りが1mm角未満の大きさのものが1個/100cm<sup>2</sup>以上

×：粘着剤の残りが1mm角以上の大きさのものが1個/100cm<sup>2</sup>以上

## (7) 表面粗さ (Ra)

10 表面保護フィルムの粘着剤層の表面粗さは、非接触式3次元表面粗さ計を用いて表面保護フィルムの粘着剤層表面をスキャンし、粘着剤層表面の変位を測定し、表面解析ソフトにより中心面平均粗さ (Ra) を求めた。

$$Ra = \frac{\sum_{k=1}^m \sum_{j=1}^n |z_{jk} - \bar{z}|}{(m \cdot n)}$$

15

$$\bar{z} = \frac{\sum_{k=1}^m \sum_{j=1}^n z_{jk}}{(m \cdot n)}$$

20 また、ベースフィルムとなるプラスチックフィルムの表面粗さは、粘着剤層が積層される側のプラスチックフィルムの表面を、粘着剤層の表面粗さの測定と同様にして求めた。

## (8) 光線透過率/ヘーズ

光線透過率は550nmの波長において、透過率を測定（日本精密光学（株）製、ポイックヘーズメーターSEP-HS-D1型）する。

## (9) プラスチックフィルム内異物数

25 プラスチックフィルムサンプルを縦210mm×横148mm（面積310.8cm<sup>2</sup>）に切り取り、このフィルムの全範囲をクロスニコル法にて目視検査による異物検査を行った。次いで検出されたサンプルフィルムの中の異物を、光学顕微鏡を用いて透過光により観察し、光学的に異常な範囲として観察される部分の

最大径を異物の大きさとした。なお、異物粒子周辺に存在する空洞（ボイド）が光学的に異常な範囲として観察される場合は異物粒子の大きさに含めた。そして、異物粒子の大きさを  $5\text{ }\mu\text{m}$  以上  $25\text{ }\mu\text{m}$  未満のものおよび  $25\text{ }\mu\text{m}$  以上のものに分別して数えて求めた。

5 (10) 表面欠点数

得られた表面保護フィルムを偏光板に貼り合せ、縦  $210\text{ mm}$  × 横  $148\text{ mm}$  (面積  $310.8\text{ cm}^2$ ) に切り取り、蛍光灯下でその反射光にて表面の凹凸を目視にて確認できるレベルのものをカウントする。表面欠点数については、1個以下のものは検査しやすい表面保護フィルムとして極めて優れたものであり、2～5個のものはやや検査しにくい部分があるものの表面保護フィルムとして使用できるものであり、6個以上のものは検査し難く表面保護フィルムとしては不適なものである。

(11) ガラス転移温度 ( $T_g$ )

15 粘着剤層のみを均一厚みのシート状に作成し、動的粘弾性測定装置（エイアンドデイ（株）製バイブロン）を用い、周波数  $110\text{ Hz}$ 、昇温速度  $3^\circ\text{C}/\text{分}$  の条件にて測定する。貯蔵弾性率 ( $E'$ ) が大きく減少し、かつ  $\tan\delta$  の極大値となる温度をガラス転移温度 ( $T_g$ ) とする。

(12) 粘着剤の引張り弾性率

20 粘着剤層のみを均一厚みのシート状に作成し、 $10\text{ mm}$  幅の短冊にする。この時シートの厚みを測定する。次にこれを引張試験機（東洋精機（株）製ストログラフ）に取り付け、 $5\text{ mm}/\text{分}$  の速度で引張り、応力・歪み曲線を作成する。立ち上がり時の接線の傾きを求め、断面積で割り、引張り弾性率とする。

(13) 粘着剤の表面張力

25 粘着剤の表面に水（表面張力  $72.8\text{ }\mu\text{N}/\text{cm}$  内、非極性成分  $21.8\text{ }\mu\text{N}/\text{cm}$ 、極性成分  $51.0\text{ }\mu\text{N}/\text{cm}$ ）、エチレングリコール（表面張力  $48.0\text{ }\mu\text{N}/\text{cm}$  内、非極性成分  $29.0\text{ }\mu\text{N}/\text{cm}$ 、極性成分  $19.0\text{ }\mu\text{N}/\text{cm}$ ）、ジヨードメタン（表面張力  $50.8\text{ }\mu\text{N}/\text{cm}$  内、非極性成分  $50.8\text{ }\mu\text{N}/\text{cm}$ 、極性成分  $0\text{ }\mu\text{N}/\text{cm}$ ）の3液を滴下し、それぞれの液による接触角を測定

する。これらの各成分から拡張F o r k e sの式を用い、粘着剤の表面張力を産出する。

#### (14) 剥離力

- 表面保護フィルムの粘着剤層面を、同じ表面保護フィルムの保護層面に直接ゴムローラーで貼りつけ、その上から2kgゴムローラーにて1往復し、密着させる。そのまま温度23℃、湿度55±5%RHの条件下で30分放置し、その後25mm幅の短冊状に切り取る。これを、引張試験機（東洋精機（株）製ストログラフ）に取り付け、一方の表面保護フィルム面を固定した状態で他方の表面保護フィルムを、300mm/分の速度で180°にて引張り、その強度をもって剥離力とする。

#### (15) 複屈折

アッペの屈折計を用いてフィルムの縦（長手）方向の屈折率（ $N_{MD}$ ）、横（幅）方向の屈折率（ $N_{TD}$ ）を測定し、両測定値の差（ $N_{TD}-N_{MD}$ ）を複屈折（ $\Delta n$ ）の値とした。

#### 15 (16) クロスニコル法

偏光板の良品に本発明の積層体を実際に貼り合わせ、クロスニコル法の検査を実施する。貼り合わせは実際の工程を再現し、二軸配向フィルムの長手方向と、偏光板の配向軸の方向を一致させ、評価は以下の基準で行った。

- 優：製膜されたベースフィルムの全幅に渡って、光干渉斑がほとんど無い極めて優れたものであった。

良：製膜されたベースフィルムの幅方向の両端で、若干光干渉斑が見られるが、ほとんどのベースフィルムが使用できる優れたものであった。

可：製膜されたベースフィルムの幅方向の中央部分は、光干渉斑を起こすことなく使用できるものであった。

#### 25 (17) Ra300μmの偏光板に貼り合せた後の気泡概観

表面保護フィルムの粘着剤層面を、表面粗さ（Ra）300μmの偏光板に、直接ゴムローラーで貼りつけ、その上から2kgゴムローラーにて1往復して貼り合せた後、その表面を目視にて観察し、以下の基準で評価した。

○：縦210mm×横148mm（面積310.8cm<sup>2</sup>）の表面中に平均直径1mm以上の気泡が1個未満。

△：縦210mm×横148mm（面積310.8cm<sup>2</sup>）の表面中に平均直径1mm以上の気泡が1～5個。

5      ×：縦210mm×横148mm（面積310.8cm<sup>2</sup>）の表面中に平均直径1mm以上の気泡が5個を超える。

#### 実施例1

平均粒径0.15μmの真球状シリカ粒子を0.1重量%含有した固有粘度0.62のポリエチレンテレフタレートポリマーを押出し機で熔融して、ダイスから  
10      40℃に維持してある回転冷却ドラム上に、静電密着法を用いて密着させて急冷し未延伸フィルムとした。次いで、この未延伸フィルムを縦方向に3.5倍、引き続き横方向に3.6倍延伸し、さらに220℃にて熱固定を行って、厚さ50μm、複屈折率0.01の表面保護フィルムのベースフィルムとする二軸配向ポリエチレンテレフタレートフィルム（A）を得た。

15      また、厚みを38μmに変更する以外は、前述の二軸配向ポリエチレンテレフタレートフィルムの方法と同様な操作を繰り返して、剥離フィルム用の二軸配向ポリエチレンテレフタレートフィルムを得た。そして、該剥離フィルム用の二軸配向ポリエチレンテレフタレートフィルムの片面に、ビニル基を有するポリジメチルシロキサンとジメチルハイドロジェンシランからなる付加反応タイプの硬化  
20      型シリコーンを固形分濃度が2%となるようにトルエン溶媒中に溶解させ、該溶液に白金触媒を添加して作成した塗液を、6g/m<sup>2</sup>（wet）の塗布量で塗布し、140℃の温度で1分間加熱乾燥および硬化させて離形層の厚さが0.1μmの剥離フィルム（D）を作成した。

次に、アクリル系粘着剤として、主モノマーとして、2-エチルヘキシルアクリレート、  
25      コモノマーとして酢酸ビニル、官能基含有モノマーとしてヒドロキシエチルメタクリレートを7：2：1の比で、酢酸エチルの溶剤下で反応触媒としてアゾビスイソブチロニトリルを用い溶液重合し、重量平均分子量約45万の粘着剤用ポリマーを調製した。そして、該粘着剤用ポリマーにTDI系イソシアネ

ート架橋剤を、粘着剤用ポリマー 100 部に対し、5 部添加し、前述の剥離フィルムの離形層側の面に乾燥後の厚みが 20  $\mu\text{m}$  になるように塗布して粘着剤層を形成した。

- そして、前述の表面保護フィルムのベースフィルムとする二軸配向ポリエチレンテレフタレートフィルム (A) の片面にコロナ処理を施し、前述の粘着剤層が形成された剥離フィルムの粘着剤層が、前述のコロナ処理を施したフィルム面と接するように貼り合せ、60℃3日のエージング処理を行い、剥離フィルム (D) が積層された表面保護フィルムを得た。得られた表面保護フィルムの特性を表 1 に示す。

#### 10 比較例 1

- 粘着剤用ポリマーを、主モノマーとして、2-エチルヘキシルアクリレート、コモノマーとして酢酸ビニル、官能基含有モノマーとしてヒドロキシエチルメタクリレート、を 4 : 4 : 2 の比で、酢酸エチルの溶剤下で反応触媒としてアソビスイソブチロニトリルを用いて溶液重合した重量平均分子量約 30 万のものに変更し、TDI 系イソシアネート架橋剤およびその添加量をアジリジン系イソシアネート架橋剤 30 部に変更した以外は実施例 1 と同様に作成した。得られた表面保護フィルムの特性を表 1 に示す。

#### 比較例 2

- 粘着剤層の厚みを 2  $\mu\text{m}$  にする以外は比較例 1 と同様に作成した。得られた表面保護フィルムの特性を表 1 に示す。

#### 比較例 3

- 実施例 1 において、表面保護フィルムのベースフィルムとする二軸配向ポリエチレンテレフタレートフィルムを、密度 0.925、メルトインデックス 2.5 のポリエチレン樹脂をインフレーションで製膜した厚み 50  $\mu\text{m}$  のフィルムにコロナ処理を施したポリエチレンフィルムに変えた以外は、同様にサンプルを作成した。得られた表面保護フィルムの特性を表 1 に示す。

#### 実施例 2

粘着剤用ポリマーを、主モノマーとして 2-エチルヘキシルアクリレート、コ

- モノマーとしてメチルアクリレート、官能基含有モノマーとしてヒドロキシエチルメタクリレートを3 : 1 : 1の比で、酢酸エチルの溶剤下で反応触媒としてアゾビスイソプロピロニトリルを用いて溶液重合した重量平均分子量約45万のものに変更した以外は実施例1と同様な操作を繰り返した。得られた表面保護フィルム
- 5    ムの特性を表1に示す。

#### 比較例4

- 粘着剤用ポリマーを、主モノマーとして2-エチルヘキシルアクリレート、コモノマーとしてブチルアクリレートおよびメチルアクリレート、官能基含有モノマーとしてヒドロキシエチルメタクリレートを4 : 4 : 1 : 1の比で、酢酸エチル／トルエン（混合比1／1）の溶剤下で反応触媒としてアゾビスイソプロ
- 10    ニトリルを用いて溶液重合した重量平均分子量約20万のものに変更し、TDI系イソシアネート架橋剤の添加量を1部に変更した以外は実施例2と同様に表面保護フィルムを作成した。得られた表面保護フィルムの特性を表1に示す。

- なお、この表面保護フィルムは、ステンレス板に貼合せて剥離すると、粘着剤
- 15    が残るので、欠点検査性に優れるにもかかわらず、製品に異物が付着している点で、表面保護フィルムとして不適なものであった。

表 1

		実施例 1	比較例 1	比較例 2	比較例 3	実施例 2	比較例 4
ペ-スフィルムとなるプラスチックフィルム		PET	PET	PET	PE	PET	PET
臨界はね返り係数		0.4	0.7	0.6	0.3	0.4	0.6
SUS 常態粘着力	mN/25mm	120	80	20	110	100	800
60℃1週間経過後	mN/25mm	140	100	40	130	120	1800
SUS 粘着力							
粘着力変化率、		1.2	1.3	2.0	1.2	1.2	2.3
ボールタック	/32インチ	4	1	2	4	4	14
保持力	mm	0	0	0	0	0	3
粘着剤残り		○	○	○	○	○	×
粘着層の表面粗さ	nm	25	23	22	550	25	26
光線透過率/ヘーズ	%/%	85/6	82/7	82/7	65/12	85/6	82/7
ペ-スフィルムとなるプラスチックフィルムの表面粗さ	nm	20	20	20	650	20	20
表面保護フィルム異物数	コ	0	0	0	15	0	0
25μm以上							
25μm未満	コ	3	4	4	10	3	4
表面欠点数	コ	0	0	0	18	0	0
粘着層のガラス転移温度 (Tg)	℃	-45	-19	-45	-45	-40	-55
粘着層の引張り弾性率	MP	0.18	0.21	0.18	0.18	0.19	0.14
粘着層の表面張力	μN/cm	23	10	23	23	18	26
Ra300μmの偏光板に貼り合せた後の気泡概観		○	×	○	○	○	○

表1中、PETはポリエチレンテレフタレート、PEはポリエチレンを表す。

- 表1より明らかなように、実施例に示した本発明の表面保護フィルムは、相手  
基材に貼り合せた後軽く剥がれ、しかも経時させた後でも重くなることなく、か  
つ、表面の粗い相手基材に対して貼り合せた時に気泡等の混入による浮きが生じ  
5 ない粘着剤層を有し、さらには、高透明で、貼り合せた相手基材の検査性を損わ  
ないものである。これに対して、比較例1の表面保護フィルムは表面の粗い相手  
基材に対して貼り合せた時に気泡等の混入による浮きが生じ、比較例2の表面保  
護フィルムは貼り合わせた後に端が捲れてしまい、また、比較例3の表面保護フ  
ィルムは、表面保護フィルム中の異物が多く検査性に劣るものであった。

#### 10 参考例1

- 剥離フィルムのベースフィルムとして、ポリエチレンテレフタレートポリマー  
に含有させる粒子を、平均粒径0.5  $\mu\text{m}$ の真球状シリカ粒子を0.5重量%添  
加する以外は実施例2と同様な操作を繰り返した。得られた表面保護フィルムは、  
剥離フィルムの表面に粗大な突起があることから粘着剤層が均一形成できず、保  
15 護フィルムとした際の表面欠点が面積310.8  $\text{cm}^2$ 当りに10個と多い、実際  
には使用し難いものであった。

#### 参考例2

- 剥離フィルムのベースフィルムとして、ポリエチレンテレフタレートポリマー  
に含有させる粒子を、平均粒径0.5  $\mu\text{m}$ の真球状シリカ粒子を0.5重量%添  
20 加する以外は実施例2と同様な操作を繰り返した。得られた表面保護フィルムは、  
剥離フィルムの表面に粗大な突起があることから粘着剤層が均一形成できず、保  
護フィルムとした際の表面欠点が面積310.8  $\text{cm}^2$ 当りに8個と多い、実際  
には使用し難いものであった。

#### 実施例3

- 25 実施例1と同様にして、表面保護フィルムのベースフィルムとする二軸配向ポ  
リエチレンテレフタレートフィルムを得、このフィルムの両面にコロナ処理を行  
った。そして、このフィルムの片方の面に、保護層として1層目に帯電防止層、  
2層目に離形層を設けた。帯電防止層としては、チオフェン誘導体ポリマー30

部、共重合ポリエステル70部（ジカルボン酸成分として、テレフタル酸60モ  
ル%、イソフタル酸35モル%、アジピン酸5モル%、グリコール成分として、  
エチレングリコール95モル%、ジエチレングリコール5モル%）、およびノニ  
オン系界面活性剤5部からなる3%水性塗液を塗布し、乾燥後の厚みが0.15  
5  $\mu\text{m}$ の厚みの塗膜を形成した。離形層としては、ポリエチレンイミノクタデシ  
ルカルバメート（日本触媒株式会社製、RP-20）40部、バインダー成分と  
して、帯電防止層と同様にポリエステル系のポリエステル樹脂（日立化成工業株  
式会社製、エスベル1510）100部、およびメラミン樹脂（三和ケミカル株  
式会社製、ニカラックNS-11）30部を混合して得られた塗工液を塗布し、  
10 140℃、1分乾燥・硬化させ厚み0.2  $\mu\text{m}$ の離形層を形成させた。

次に、アクリル系粘着剤として、主モノマーとして、2-エチルヘキシルアク  
リレート、およびn-ブチルアクリレート、コモノマーとして酢酸ビニル、官能  
基含有モノマーとしてヒドロキシエチルメタクリレートを4:3:2:1の比で、  
さらには、添加剤として、エポキシ変性ステアリルアクリレートを先の全モノマ  
ー10部に対し0.5部相当を加え、酢酸エチルの溶剤下で反応触媒としてアゾ  
15 ビスイソブチロニトリルを用い溶液重合し、重量平均分子量約45万の粘着剤用  
ポリマーを調製した。そして、該粘着剤用ポリマーにアジリジン系イソシアネー  
ト架橋剤を、粘着剤用ポリマー100部に対し、20部添加し、前述の二軸配向  
ポリエチレンテレフタレートフィルムとの異なる側の面に、乾燥後の厚  
20 みが20  $\mu\text{m}$ になるように塗布し、100℃2分間乾燥した後、巻取って、45℃  
1週間のエージング処理を行いフィルムロールを得た。得られたフィルムロール  
の特性を表2に示す。

### 参考例3

実施例3において、離形層を設けることなく、帯電防止層の反対面に粘着剤を  
25 塗布し、巻き取った。得られたフィルムロールの特性を表2に示す。

表 2

		実施例 3	参考例 3
ベ-スフィルムとなるプラスチックフィルム		P E T	P E T
臨界はね返り係数		0.4	0.4
SUS 常態粘着力	mN/25mm	120	130
60℃ 1 週間経時後 SUS 粘着力	mN/25mm	140	150
粘着力変化率		1.2	1.2
ボールタック	/32 インチ	4	4
保持力	mm	0	0
粘着剤残り		○	○
粘着層の表面粗さ (R a)	nm	24	100
表面欠点数	コ	0	0
粘着層のガラス転移温度 (T g)	℃	-40	-40
粘着層の引張り弾性率	M P	0.18	0.18
粘着層の表面張力	μ N/cm	20	20
粘着剤層面の保護層面に対する剥離力	mN/25mm	150	1100
Ra300 μm の偏光板に貼り合せた後の 気泡概観		○	×

表 2 中、P E T はポリエチレンテレフタレートを表す。

- 5 表 2 より明らかなように、実施例に示した本発明のフィルムロールは、経時させた後でも重くなることなく相手基材に貼り合せた後軽く剥がれ、表面の粗い相手基材に対して貼り合せた時に気泡等の混入による浮きが生じない粘着剤層と、高透明なことから貼り合せた相手基材に対して良好な検査性とを有し、しかも、保護層面から容易に剥離して使用できるものであった。これに対し、参考例 3 の
- 10 フィルムロールは、保護層面から粘着剤層 (B) を剥離し難く、しかも剥離する際に粘着剤層 (B) の表面が荒れ、相手基材の偏光板に貼り合わせた際に気泡が確認されるものであった。

#### 実施例 4

- 実施例 1 において、保護フィルムのベースフィルムを、未延伸フィルムに延伸
- 15 処理を施す際の延伸倍率を縦方向 1.5 倍、横方向 4.3 倍に変更した複屈折率

- が0.10の二軸配向フィルムとする以外は同様な操作を繰り返した。得られた積層フィルムは、前述の実施例1と同様な特性を有する上に、偏光板の良品に貼り合わせてクロスニコル法の検査を実施すると、製膜されたベースフィルムの全幅に渡って、光干渉斑がほとんど無い極めて優れたものであった。これに対して、
- 5 前述の実施例1～3の積層フィルムは、製膜されたベースフィルムの幅方向の両端で、若干光干渉斑が見られるが、ほとんどのベースフィルムが使用できる優れたものであった。

## 請求の範囲

1. ポリエステルフィルム (A) およびポリエステルフィルム (A) の片面上に  
粘着剤層 (B) からなりそして臨界はね返り係数が 0.5 以下である、基材の表  
5 面を保護するための表面保護フィルム。
2. 粘着剤層 (B) が下記 (1) ~ (4) の条件を全て満足する請求項 1 記載の  
表面保護フィルム。
- (1) ステンレス板に対する常態粘着力が 30 ~ 500 mN / 25 mm.
- 10 (2) 貼合せ後、60℃で1週間維持した後の常態粘着力の変化率が 0.5 ~ 2.0 倍。
- (3) ボールタック測定でのボールのサイズが 2 / 32 インチ ~ 10 / 32 インチ。
- (4) 粘着剤層 (B) の厚みが、3 μm ~ 50 μm.
- 15
3. 粘着剤層 (B) をステンレス板に 20 mm × 20 mm の面積で貼り合せ、温度 80℃ の雰囲気下で貼り合せた面に沿った方向に 1 kg の荷重を 1 時間掛けた際の粘着剤層 (B) とステンレス板のずれが 0 ~ 1 mm である請求項 1 に記載の表面保護フィルム。
- 20
4. 80℃で1週間、粘着剤層 (B) をステンレス板に貼り合せた後剥離した際、ステンレス面上に付着した 1 mm 角サイズ以上の粘着剤残留物がステンレス面 100 cm<sup>2</sup> 当り 0 個である請求項 1 に記載の表面保護フィルム。
- 25
5. 粘着剤層 (B) の中心線平均表面粗さ (Ra) が 2 ~ 500 nm である請求項 1 に記載の表面保護フィルム。
6. 粘着剤層が、ガラス転移温度が -60℃ ~ -20℃、引張り弾性率が 0.1

MP a $\sim$ 0. 2 MP a かつ、表面張力が $15\mu\text{N}/\text{cm}\sim 25\mu\text{N}/\text{cm}$ である粘着剤層である請求項1に記載の表面保護フィルム。

7. ポリエステルフィルム(A)の粘着剤層(B)が存在する面と反対側の面上  
5 に、帯電防止剤および離形剤よりなる群から選ばれた少なくとも1種の剤からなる保護層(C)がさらに存在する請求項1に記載の表面保護フィルム。

8. 保護層(C)の粘着剤層(B)に対する剥離力が $10\text{mN}/25\text{mm}\sim 1,000\text{mN}/25\text{mm}$ である請求項7に記載の表面保護フィルム。

10

9. ポリエステルフィルム(A)が一軸配向もしくは二軸配向されている請求項1に記載の表面保護フィルム。

10. 二軸配向されているポリエステルフィルム(A)が、横方向の屈折率( $N_{TD}$ )と縦方向の屈折率( $N_{MD}$ )との差( $N_{TD}-N_{MD}$ )が $-0.08$ を超え $0.08$ 未満である請求項9に記載の表面保護フィルム。  
15

11. ポリエステルフィルム(A)の横方向の屈折率( $N_{TD}$ )と縦方向の屈折率( $N_{MD}$ )との差( $N_{TD}-N_{MD}$ )が $0.08$ 以上である請求項9に記載の表面保護  
20 フィルム。

12. ポリエステルフィルム(A)は、中心線平均表面粗さ( $R_a$ )が $2\text{nm}\sim 500\text{nm}$ であり、かつ、一辺の長さ $210\text{mm}$ とそれに直行する辺の長さ $148\text{mm}$ の広さ(面積 $310.8\text{cm}^2$ )の中に大きさ $25\mu\text{m}$ 以上の異物が存在  
25 せず、そして大きさ $5\mu\text{m}$ 以上 $25\mu\text{m}$ 未満の異物が10個以下である請求項1に記載の表面保護フィルム。

13. 可視光線透過率が $70\%$ 以上である請求項1に記載の表面保護フィルム。

14. ヘーズ値が10%以下である請求項1に記載の表面保護フィルム。
15. 粘着剤層(B)のポリエステルフィルム(A)と隣接する表面と反対側の面上に、二軸配向ポリエステルフィルムからなる剥離フィルム(D)が存在する請求項1に記載の表面保護フィルム。
16. 剥離フィルム(D)は、表面粗さ(Ra)が2nm~500nmであり、かつ、一辺の長さ210mmとそれに直行する辺の長さ148mmの広さ(面積310.8cm<sup>2</sup>)中に最大径25μm以上の異物が存在せず、最大径5μm以上25μm未満の異物が10個以下である請求項14に記載の表面保護フィルム。
17. 剥離フィルム(D)の粘着剤層(B)と隣接する面上に、シリコーン樹脂、フッ素樹脂および脂肪族ワックスよりなる群から選ばれる少なくとも1種の離形剤からなる離形層が存在する、請求項14に記載の保護フィルム。
18. 粘着剤層(B)と保護層(C)とを直接接触させた状態で、請求項1に記載の表面保護フィルムが巻き取られたロールの形態にある、フィルムロール。
19. 偏光板、拡散板、半透過反射板、位相差板および視野角拡大フィルムよりなる群から選ばれる少なくとも1種の基材の表面を保護するための、請求項1、7、または15に記載の表面保護フィルムの使用。
20. 偏光板、拡散板、半透過反射板、位相差板および視野角拡大フィルムよりなる群から選ばれる少なくとも1種の基材の表面を保護するための、請求項18に記載のフィルムロールの使用。

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/06713

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl<sup>7</sup> C09J201/00, 7/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>7</sup> C09J201/00, 7/02

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
PA	EP, 874015, A1 (TEIJIN LIMITED), 28 October, 1998 (28.10.98), Claims & US, 6042773, A & JP, 11-5834, A	1-20
PA	JP, 11-291411, A (Nitto Denko Corporation), 26 October, 1999 (26.10.99), Claims (Family: none)	1-20
A	JP, 9-254307, A (Kobe Steel, Ltd.), 30 September, 1997 (30.09.97), Claims (Family: none)	1-20
A	JP, 8-259914, A (Sekisui Chemical Co., Ltd.), 08 October, 1996 (08.10.96), Claims (Family: none)	1-20

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:  
 "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance  
 "E" earlier document but published on or after the international filing date  
 "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)  
 "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means  
 "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention  
 "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone  
 "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art  
 "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
14 November, 2000 (14.11.00)

Date of mailing of the international search report  
28 November, 2000 (28.11.00)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## 国際調査報告

国際出願番号 PCT/JPO0/06713

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int. Cl. <sup>7</sup> C 0 9 J 2 0 1 / 0 0 , 7 / 0 2		
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC)) Int. Cl. <sup>7</sup> C 0 9 J 2 0 1 / 0 0 , 7 / 0 2		
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの		
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)		
C. 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
P A	EP, 874015, A1 (TEIJIN LIMITED), 28. 10月. 1998 (28. 10. 98), 特許請求の範囲&US, 6042773, A&JP, 11-5834, A	1-20
P A	JP, 11-291411, A (日東電工株式会社), 26. 10月. 1999 (26. 10. 99), 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1-20
A	JP, 9-254307, A (株式会社神戸製鋼所), 30. 9月. 1997 (30. 09. 99), 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1-20
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。		
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「I」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献		
国際調査を完了した日 1 4 . 1 1 . 0 0	国際調査報告の発送日 28.11.00	
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 郵便番号 100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員) 近 藤 政 克 印 電話番号 03-3581-1101 内線 3483	4 V 9 7 3 4

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP, 8-259914, A (積水化学工業株式会社), 8. 10月. 1996 (08. 10. 96), 特 許請求の範囲 (ファミリーなし)	1-20